

⑤ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑪ DE 29 42 128 A 1

⑤ 1.3:  
C 09 J 3/14  
C 09 J 5/06

⑳ Aktenzeichen:  
㉔ Anmeldetag:  
㉓ Offenlegungstag:

P 29 42 128.1-43  
18. 10. 79  
30. 4. 81

Behördenexpedition

㉑ Anmelder:  
BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

㉒ Erfinder:  
Druschke, Dipl.-Chem. Dr., Wolfgang, 8711 Oirmstein, DE;  
Fahrbach, Dipl.-Chem. Dr., Gerhard, 6831 Plankstadt, DE;  
Groh, Dipl.-Chem. Dr., Wolfgang, 6800 Mannheim, DE

DE 29 42 128 A 1

Best Available Copy

⑤ Schmelzhaftkleber auf Basis von nichthydrierten, linearen Blockcopolymerisaten A-B-A

DE 29 42 128 A 1

0310 12041 0411 01

BUNDESDRUCKEREI BERLIN 03. 81 130 018/265

8/80

Patentansprüche

- ①. Schmelzhaftkleber, enthaltend im wesentlichen eine Mischung aus

- 5 A 100 Gew.-Teilen mindestens eines nicht hydrierten, linearen Blockcopolymerisates der Formel A-B-A, das aufgebaut ist aus
- 10 a1) endständigen, nichtelastomeren Polymerblöcken A aus monovinylaromatischen Monomeren, die
- a2) je ein mittleres Molekulargewicht von je 5 000 bis 50 000 aufweisen und die
- 15 a3) einen Anteil von 10 bis 50 Gew.-%, bezogen auf das lineare Blockcopolymerisat A-B-A, ausmachen und wobei
- a4) B ein elastomeres (Co)-Polymerisat darstellt, das aus Butadien und/oder Isopren aufgebaut ist, und wobei ferner
- 20 a5) das mittlere Molekulargewicht 2A+B im Bereich von 30 000 bis 300 000 liegt;
- B 25 bis 300 Gew.-Teilen eines klebrigmachenden Harzes,
- 25 C 5 bis 200 Gew.-Teilen eines Kautschukstreck-  
-öles  
und gegebenenfalls
- D üblichen Zusatzstoffen in wirksamen Mengen,
- 30 dadurch gekennzeichnet, daß das elastomere (Co)-Polymerisat a4) Butadien und Isopren im Gew.-Verhältnis 70:30 bis 5:95 enthält.

422/79 Vo/sk 16.10.1979

130018/0285

ORIGINAL INSPECTED

2. Schmelzhaftkleber nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das elastomere Copolymerisat a4) die Monomeren in statistischer Verteilung aufweist.

5 3. Schmelzhaftkleber nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das elastomere Copolymerisat a4) mindestens einen verschmierten Übergang zwischen zwei Polymerisatsequenzen aufweist, die jeweils überwiegend nur eines der Monomeren enthalten.

Do

Best Available Copy

130018/0285

BASF Aktiengesellschaft

O.Z. 0050/034097

Schmelzhaftkleber auf Basis von nichthydrierten,  
linearen Blockcopolymerisaten A-B-A

Die Erfindung betrifft Schmelzhaftkleber auf der Basis von  
5 nichthydrierten, linearen Blockcopolymerisaten A-B-A mit  
endständigen Polystyrolblöcken A und einem mittelstän-  
digen Teil B, der aus einem Mischpolymerisat aus Butadien  
und Isopren in den Grenzen von 70:30 bis 5:95 aufgebaut  
ist und in dem die Monomeren regellos verteilt sind oder  
10 geordnet vorliegen.

Bekanntlich können kautschukartige Blockcopolymerisate aus  
einer monovinylaromatischen Verbindung (Styrol) und einem  
konjugierten Dien (Butadien oder Isopren) zur Herstellung  
15 von Haftkleber-Mischungen verwendet werden. Diese Haftkle-  
ber-Mischungen enthalten neben dem Blockcopolymerisat in  
allgemeinen noch ein oder mehrere klebrigmachende Harze,  
beispielsweise Kollophoniumderivate, Cumaron-Inden-Harze  
und dgl. und ein Kautschukstrecköl, sowie ggf. Antioxidan-  
20 tion und andere Füllstoffe [vgl.(1) und (2)].

Zum Stand der Technik verweisen wir auf

(1) DE-AS 15 94 254

(2) DE-AS 20 11 036.

25

130018/0285

Aus (1) und (2) ist es bekannt, in Haftkleber-Mischungen nichthydrierte, lineare kautschukartige Dreiblockcopolymerisate aus einer monovinylaromatischen Verbindung und einem konjugierten Dien zu verwenden. Wenn dabei nach den Angaben in der Beschreibung in (2) auch der Einsatz von Mischpolymerisaten als Komponente B prinzipiell möglich ist, werden hierin jedoch, ebenso wie in (1), nur lineare Blockcopolymerisate mit einem elastomeren Mittelblock B aus nur Butadien oder nur Isopren beschrieben und für die Herstellung von Haftkleber-Mischungen verwendet. Solche Haftkleber-Mischungen zeigen eine zufriedenstellende Schälfestigkeit und Scherfestigkeit. Die Wärmestandfestigkeit der daraus hergestellten Verbunde läßt jedoch zu wünschen übrig.

Es bestand daher die Aufgabe, die vorstehend beschriebenen Nachteile zu beheben. Die Erfindung betrifft einen Schmelzhaftkleber, enthaltend im wesentlichen eine Mischung aus

- A 100 Gew.-Teilen mindestens eines nichthydrierten, linearen Blockcopolymerisates der Formel A-B-A, das aufgebaut ist aus
- a1) endständigen, nichtelastomeren Polymerblöcken A aus monovinylaromatischen Monomeren, die
  - a2) ein mittleres Molekulargewicht von je 5000 bis 50 000 aufweisen und
  - a3) einen Anteil von 10 bis 50 Gew.-%, bezogen auf das lineare Blockcopolymerisat A-B-A, ausmachen und wobei
  - a4) B ein elastomeres (Co-)polymerisat darstellt, das aus Butadien und/oder Isopren aufgebaut ist und wobei ferner
  - a5) das mittlere Molekulargewicht  $2 A+B$  im Bereich von 30 000 bis 300 000 liegt;

130018/0285

Best Available Copy

B 25 bis 300 Gew.-Teilen eines klebrigmachenden Harzes,

C 5 bis 200 Gew.-Teile eines Kautschukstrecköles und gegebenenfalls

5

D übliche Zusatzstoffe in wirksamen Mengen.

Der Schmelzhaftkleber ist dadurch gekennzeichnet, daß das elastomere (Co-)polymerisat a4) Butadien und Isopren im Gew.-Verhältnis 70:30 bis 5:95 enthält.

10

Die erfindungsgemäß einzusetzende Komponente A, d.h. die linearen kautschukartigen Blockcopolymerisate A-B-A bilden den wesentlichen elastomeren Bestandteil des Schmelzhaftklebers.

15

Monovinyl- und monovinylidenaromatische Verbindungen, die für den Aufbau der endständigen, nicht elastomeren Polymerblöcke A in Betracht kommen sind beispielsweise Styrol, die seitenkettenalkylierten Styrole, wie  $\alpha$ -Methylstyrol und die kernsubstituierten Styrole wie Vinyltoluol, Äthylvinylbenzol und andere. Die monovinyl- und monovinylidenaromatischen Verbindungen können auch in Mischungen miteinander eingesetzt werden. Vorzugsweise wird jedoch Styrol alleine verwendet.

20

25

Das Blockcopolymerisat A-B-A enthält dabei im allgemeinen 10 bis 50 Gew.-%, insbesondere 25 bis 35 Gew.-% der monovinyl- bzw. monovinylidenaromatischen Verbindungen und dementsprechend 90 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 75 bis 65 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Blockcopolymerisat A-B-A, Butadien und Isopren einpolymerisiert. Bei dem mittelständigen Teil B des Blockcopolymerisates handelt es sich um ein Mischpolymerisat, das aus Butadien- und Isopreneinheiten aufgebaut ist und in dem das Gew.-Verhältnis

30

35

- 4 - 6.

Butadien zu Isopren in weiten Grenzen schwanken kann, z.B. im Bereich von 70:30 bis 5:95. Die genannten Monomeren können in diesem Mischpolymerisat in statistischer Verteilung oder geordnet vorliegen, je nachdem, welche Präparationsmethode gewählt wird. Werden bei der später noch zu besprechenden Herstellung die Monomeren von Anfang an als Gemisch vorgelegt, und wird in Abwesenheit eines polaren Lösungsmittels bei der anionischen Polymerisation gearbeitet, so resultiert ein als Blockmischpolymerisat mit verschmiertem Übergang zu bezeichnendes Copolymerisat, das einen ersten Blockteil mit überwiegend einem Monomeren, einem Mittelteil mit verschmiertem Übergang und einem zweiten Blockanteil mit überwiegend dem anderen Monomeren enthält. Bei Verwendung von polaren Lösungsmitteln und Vorgabe der Monomeren entstehen statistische Copolymerisate, dasselbe kann man durch bestimmte Zulauftechniken erhalten.

Die linearen Blockcopolymerisate A-B-A können auf an sich bekannte Art und Weise durch aufeinanderfolgende Polymerisation der Monomeren in Lösung in Gegenwart eines Monolithium-Kohlenwasserstoffes als Initiator und anschließendes Kuppeln der erhaltenen aktiven, lebenden linearen Polymerisate mit einer bifunktionellen, reaktionsfähigen Verbindung als Kupplungsmittel hergestellt werden. Als Initiator geeignete Monolithium-Kohlenwasserstoffe sind solche der allgemeinen Formel  $RLi$  worin R einen aliphatischen, cycloaliphatischen, aromatischen oder gemischt aliphatisch-aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen darstellt und insbesondere ein aliphatischer Kohlenwasserstoffrest ist. Bevorzugt werden verwendet: n-, sek.-butyllithium, Isoprobtyllithium und Vinyl-lithium, wovon die beiden erstgenannten besonders bevorzugt sind.

Als Lösungsmittel bei der Herstellung der Blockcopolymerisate kommen inerte, aliphatische, cycloaliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe, wie n-Hexan, Heptan, Isooctan; Cyclohexan, Cycloheptan; Benzol, Toluol u.a. in Betracht. Die Polymerisation kann in Gegenwart geringer Mengen polarer Lösungsmittel, wie Aminen, Alkoholen und Äthern, insbesondere Tetrahydrofuran durchgeführt werden. Die polaren Lösungsmittel werden im allgemeinen in Mengen von 0,05 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 0,1 bis 2 Gew.-%, bezogen auf das gesamte Lösungsmittel, angewendet. Die Polymerisation erfolgt unter den für die anionische Polymerisation mit lithiumorganischen Verbindungen üblichen Bedingungen, wie Intergasatmosphäre unter Luft- und Feuchtigkeitsschluß. Die Polymerisationstemperaturen liegen im allgemeinen zwischen 0 und 150°C und werden vorzugsweise im Bereich zwischen 20 und 100°C gewählt.

Zur Herstellung der linearen Blockcopolymerisate A-B-A werden zunächst die monovinyl- bzw. monovinylidenaromatischen Verbindungen mit Hilfe der Monolithium-Kohlenwasserstoffe bis zur praktisch vollständigen Umsetzung der Monomeren zu dem gewünschten endständigen, nichtelastomeren Polymerblock -A- polymerisiert. Anschließend wird zu der Lösung der resultierenden aktiven Living-Polymerisate, z.B. ein Gemisch aus Butadien und Isopren ggf. unter Zusatz eines polaren Lösungsmittels zugesetzt, so daß an die aktiven Kettenenden des vorgebildeten lebenden Blockpolymerisates Butadien und Isopren in statistischer oder nicht statistischer Verteilung angelagert wird. Der Aufbau des mittelständigen Teils, B, der Komponente A kann jedoch auch durch die bekannten Monomerzulauftechniken zu der Lösung der aktiven Living-Polymerisate erhalten werden. Nach Beendigung der Polymerisation, jedoch vor der Deaktivierung des Initiators wird zu der Reaktionslösung eine bifunktionelle reaktive Verbindung als Kupplungsmittel



zugesezt, um die zuvor gebildeten aktiven linearen Blockpolymerisate  $A-B_{1/2}-Li$  an deren endständigen Lithium-Kohlenstoff-Bindungen unter Ausbildung einer chemischen Verknüpfung miteinander zu verbinden, um ein Blockcopolymerisat  $A-B-A$  zu bilden. Als bevorzugtes Kupplungsmittel werden die Ester der Essigsäure von Alkoholen mit 1 bis 2 C-Atomen angewendet. Das bifunktionelle Kupplungsmittel wird der Reaktionslösung im allgemeinen in Mengen zugegeben, die äquivalent der Menge des eingesetzten Initiators sind. Die Kupplung kann bei der gleichen Temperatur bei der die Polymerisation durchgeführt wird vorgenommen werden und erfolgt vorzugsweise im Temperaturbereich von 20 bis 100°C.

Das mittlere Molekulargewicht  $2xA+B$  der erfindungsgemäß einzusetzenden kautschukartigen linearen Blockcopolymerisate (Komponente A) soll im Bereich von 30 000 bis 300 000 liegen. Jeder nicht-elastomere Polymerblock A aus der monovinyl- bzw. monovinylidenaromatischen Verbindung besitzt dabei in der Regel ein mittleres Molekulargewicht von 5000 bis 50 000, vorzugsweise 15 000 bis 25 000; das elastomere Copolymerisat B hat in der Regel ein mittleres Molekulargewicht von 20 000 bis 200 000, vorzugsweise von 60 000 bis 100 000. Bei den angegebenen Molekulargewichten handelt es sich um das Viskositätsmittel des Molekulargewichts.

Als klebrigmachende Harze (Komponente B) kommen für die erfindungsgemäße Schmelzhaftkleber-Mischung die bekannten Stoffe dieser Art in Betracht, wie sie u.a. in den eingangs zitierten Druckschriften beschrieben sind. Hierzu gehören beispielsweise unmodifiziertes und modifiziertes Kolophonium, wobei insbesondere mehrwertige Ester von Kolophonium, wie Kolophoniumglycerinester oder Kolophonium-pentaerythritester, günstig sind. Besonders vorteilhaft

sind die hydrierten Kolophoniumderivate. Weiterhin können als klebrigmachende Harze die bekannten  $\alpha$ - oder  $\beta$ -Pinenharze mit einem Molekulargewicht im Bereich von 100 bis 2000 sowie synthetische Polyterpen-Harze angewendet werden  
5 als auch aliphatische Dien-Olefin-Kohlenwasserstoff-Harze im Molekulargewichtsbereich von 500 bis 3000. Eine weitere Gruppe von klebrigmachenden Harzen stellen die Cumaron-Inden-Harze, die Polyinden-Harze und die phenolmodifizierten Harze dar. Die Molekulargewichte dieser Harze  
10 liegen im allgemeinen im Bereich von 200 bis 1500. Ferner können auch die bekannten Harze auf Basis von Styrol oder den substituierten Styrolen mit niedrigem oder mittlerem Molekulargewicht, beispielsweise im Bereich von etwa 300 bis 6000, als Klebrigmacher verwendet werden. Beispiele  
15 hierfür sind Polystyrol-Harze, Isobutylen/Styrol-Copolymerisate und Vinyltoluol/Styrol-Copolymerisate. In Frage kommt als Klebrigmacher auch Polyisobutylen, das ein viskosimetrisches Molekulargewicht von 1000 bis 50 000 hat.

20 Die klebrigmachenden Harze werden in einer Menge von 25 bis 300 Gew.-Teilen, vorzugsweise von 50 bis 150 Gew.-Teilen, je 100 Gew.-Teile der Komponente A eingesetzt. Die einzelnen klebrigmachenden Harze können dabei allein  
25 oder auch in Kombination miteinander verwendet werden.

Als weitere Komponente C enthält die erfindungsgemäße Schmelzhafkleber-Mischung noch ein Kautschuk-Strecköl in Mengen von 5 bis zu 200 Gew.-Teilen je 100 Gew.-Teile der  
30 Komponente A. Vorzugsweise werden 10 bis 100 Gew.-Teile des Strecköls je 100 Gew.-Teile eingesetzt. Der Ausdruck Kautschuk-Strecköl umfaßt dabei sowohl die üblichen, aus Erdölfraktionen gewonnenen Strecköle als auch Olefin-Oligomere und niedermolekulare Polymere sowie pflanzliche  
35 und tierische Öle und deren Derivate. Die als Strecköle

Verwendbaren Erdölfraktionen sind hochsiedende Mineralöle mit kontrollierter Kohlenwasserstoff-Zusammensetzung und variierenden Viskositäten. Sie reichen von paraffinischen über naphthenische zu hocharomatischen Kohlenwasserstoffen.

- 5 Vorzugsweise werden als Strecköle solche aus Erdölfraktionen gewonnene Mineralöle eingesetzt, die nur einen kleinen Anteil an aromatischen Kohlenwasserstoffen enthalten. Der Anteil der aromatischen Kohlenwasserstoffe beträgt vorzugsweise weniger als 30 Gew.-%, insbesondere
- 10 weniger als 15 Gew.-% des Mineralöls. Besonders günstig ist eine Zusammensetzung, bei der das Mineralöl 30 bis 50 Gew.-% naphthenischer Kohlenwasserstoffe, 35 bis 65 Gew.-% paraffinischer Kohlenwasserstoffe und außerdem aromatische Kohlenwasserstoffe enthält. Die spezifischen
- 15 Gewichte der Mineralöle (bei 15°C) liegen im Bereich von etwa 0,80 bis 1,00 g/ml, vorzugsweise 0,83 bis 0,91 g/ml; die Viskosität beträgt im allgemeinen etwa von 10 bis 100 cSt bei 50°C. Der Siedebereich der Mineralöle liegt im allgemeinen oberhalb 270°C.

- 20 Der erfindungsgemäßen Schmelzhaftkleber-Mischung können ggf. noch übliche Zusatzstoffe D zugesetzt werden. Hierzu gehören insbesondere Antioxidantien, z.B. Zinkdibutyldithiocarbamat, sterisch gehinderte Phenole, 2,5-
- 25 -Di-tert.-amylhydrochinon oder chelatbildende Phosphite; Stabilisatoren, Pigmente, Weichmacher, Füllstoffe oder Modifizierungsmittel, wie z.B. Wachse, insbesondere Paraffin-Wachse. Die Zusatzstoffe werden der Schmelzhaftkleber-Mischung in üblichen Mengen einverleibt. Falls Anti-
- 30 oxidantien zugesetzt werden, werden diese beispielsweise in Mengen von 0,1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf die Schmelzhaftkleber-Mischung eingesetzt.

- 35 Die erfindungsgemäße Schmelzhaftkleber-Mischung wird durch Vermischen der einzelnen Komponenten hergestellt. Dies

Best Available Copy

kann in üblicher Art und Weise unter Verwendung eines Lösungsmittels, das nachher wieder entfernt werden muß, oder aber vorteilhaft in Abwesenheit eines Lösungsmittels in der Schmelze erfolgen.

5

Die Vermischung der Komponenten in der Schmelze erfolgt vorzugsweise bei 140 bis 230°C. Es ist günstig, einen Teil des Strecköls, oder falls die Rezeptur kein oder wenig Strecköl enthält, einen Teil der klebrigmachenden Harze  
10 ggf. zusammen mit dem Antioxidans vorzulegen und dann die Komponente A, das lineare Blockcopolymerisat, ständig hinzuzufügen. Sobald eine homogene Mischung erreicht ist, wird das restliche Öl und/oder Harz zugegeben. Um mit  
möglichst kurzen Mischzeiten auszukommen, kann es günstig  
15 sein, das lineare Blockcopolymerisat vor dem Mischen in dem Strecköl vorzuquellen. Günstig ist es auch, das Blockcopolymerisat in Form möglichst kleiner Partikel zuzusetzen. Zum Vermischen der Komponenten werden übliche Anlagen, beispielsweise Knetter, Extruder oder Rührbehälter  
20 verwendet.

Die Haftkleber-Mischung der Erfindung kann in der Schmelze auf geeignete Substrate mit Hilfe üblicher Schmelzkleberauftragsaggregate, z.B. durch Walzen oder Extrudieren oder über Breitschlitzdüsen, etwa nach dem System Bolten-Emerson, aufgebracht werden. Die aufwendigen Lösungsmittelbeschichtungssysteme sind im vorliegenden Fall daher unnötig. Geeignete Substrate sind beispielsweise Kunststoff-Platten bzw. -Folien, textile  
25 Gewebe aus Kunst- oder Naturfasern, Vliesstoffe, Papier, Holz, Glas, Metalle, Gummi, Bitumbeläge, bituminierte Pappen u.a. Als Kunststoffe kommen dabei beispielsweise in Betracht: Polyolefine, wie Polyäthylen oder Polypropylen; Polyvinylchlorid, Polyäthylenglykolterephthalat oder  
30 Polystyrol. Um die Haftklebemassen auf wärmeempfindliche

Folien aufzutragen, bedient man sich des sogenannten Transfer-Verfahrens, d.h. die Klebmasse wird zuerst als Film auf Silikonpapier aufgebracht, der dann nach dem Erkalten auf die Folie übertragen wird.

5

Die beschriebenen Schmelzhaftkleber-Mischungen eignen sich insbesondere als druckempfindliche Klebstoffe zur Herstellung selbstklebender Materialien, beispielsweise selbstklebender Folien, selbstklebender Etiketten, selbstklebenden Bodenbelägen, selbstklebender Wandbeläge, medizinischer Pflaster und selbstklebender Antidröhrmaterialien.

10

Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele und Vergleichsversuche erläutert. Die genannten Teile und Prozente beziehen sich, sofern nicht anders angegeben, auf das Gewicht. Die angegebenen Molekulargewichte werden durch Messung der Viskosität in einem Ubbelohde-Kapillarkviskosimeter bestimmt.

15

20

In den Beispielen und Vergleichsversuchen werden 40 µm dicke Folien aus Polyäthylenglykolterephthalat mit einem 25 µm dicken Haftkleberfilm beschichtet. Der Haftkleber kann als Schmelze oder als Lösung (beispielsweise in Toluol) auf die Polyäthylenglykolterephthalat-Folie aufgebracht werden. Wenn ein Lösungsmittel verwendet wird, ist es erforderlich, das Lösungsmittel unter vermindertem Druck abzdampfen. Man steigert dabei die Temperatur der beschichteten Folie nicht über ca. 130°C. Zur Beurteilung der Kleeigenschaften der mit dem Haftkleber beschichteten Folie bestimmt man nach einer Trocknung bei Raumtemperatur die Oberflächenklebrigkeit mit Hilfe des Schältests. Außerdem wird die Kohäsion der Klebstoffschicht mit Hilfe des Schertests ermittelt.

25

30

35

130018/0285

Best Available Copy

Beim Schältest werden 2 cm breite Prüfstreifen auf eine verchromte Platte aufgeklebt und parallel zur Klebschicht, d.h. unter einem Winkel von  $180^{\circ}$  abgeschält und die dafür notwendige Kraft gemessen. Die Abzugsgeschwindigkeit beträgt 300 mm/min. Die Messung wird 24 Stunden nach der Verklebung durchgeführt.

Der Schertest wird nach der in der DT-OS 21 34 688 beschriebenen Methode durchgeführt. Die Prüfstreifen werden dabei auf ein hochglanzverchromtes Blech mit einer Fläche von 20 x 25 mm geklebt. Das beschichtete Blech wird senkrecht eingespannt. Man belastet das Ende des Klebestreifens mit 1000 g und ermittelt die Zeit bis sich die Verklebung unter der konstanten Zugspannung löst. Die Messung wird bei  $23^{\circ}\text{C}$  und  $50^{\circ}\text{C}$  ausgeführt.

Herstellung eines linearen, nichthydrierten A-B-A-Blockcopolymerisates

360 g (3,46 Mol) gereinigtes Styrol werden in 4 670 g Cyclohexan mit 18 mMol sek.-Butyllithium versetzt und bei  $60^{\circ}\text{C}$  in Inertgasatmosphäre 1 Stunde bis zur praktisch vollständigen Umsetzung polymerisiert. Das Molekulargewicht des erhaltenen Polystyrols betrug  $M_v = 20\ 000$ , bestimmt nach der viskosimetrischen Methode. Danach werden im Verlauf von 3 Stunden bei einer Temperatur von 60 bis  $90^{\circ}\text{C}$  eine Mischung aus 280 g Butadien (5,19 Mol) und 560 g Isopren (8,24 Mol) zugegeben. Die Kupplung des lebenden Polymeren erfolgte durch Zugabe von 9 mMol Essigester. Es wurde ein Blockcopolymeres mit  $M_v = 67\ 000$  erhalten. Das Polymerisat wurde durch Eingießen der Lösung in Alkohol gefällt und getrocknet. Der Gesamtstyrolgehalt des Blockcopolymerisats betrug 30 %.

35

Beispiel 1

## Herstellung einer Schmelzhaftkleber-Mischung

100 Teile des beschriebenen linearen Blockcopolymerisats  
5 A-B-A wurden mit 50 Teilen eines naphthenbasischen Streck-  
öls der Dichte 0,902 [g/ml; 15°C], eines Aromatengehaltes  
von 29%, einer Viskosität von 548 cSt bei 20°C und  
67,8 cSt bei 50°C (Catenex N 945 der Firma Shell), 50 Teil-  
10 len eines Glyzerinesters von hydriertem Kolophonium  
(Foral 85), 50 Teilen eines synthetischen Polyterpen-  
-Harzes (Wing Tack 95) und 5 Teilen eines Antioxidans  
(Butylzimate) in einem Knetter bei Mischtemperaturen von  
ca. 200°C homogenisiert. Im einzelnen wurde so vorgegan-  
15 gen, daß die Harze und das Antioxidans vorgelegt wurden  
und dann das mit dem Strecköl angequollene Blockcopolymeri-  
sat langsam zugegeben wurde. Die Prüfung der erhaltenen  
Schmelzhaftkleber-Mischungen erfolgte wie oben beschrie-  
ben. Die Prüfungsergebnisse sind in der Tabelle zusammen  
mit den Werten aufgeführt, die für eine Schmelzhaftkleber-  
20 -Mischung erhalten wurde, die ein nach der Lehre von (1)  
hergestelltes Dreiblock-Copolymerisat Styrol/Isopren/-  
Styrol enthält.

Vergleichsversuch

25 Es wurde verwendet ein Styrol-Isopren-Styrol-Dreiblock-  
copolymerisat mit dem viskosimetrisch ermittelten Mol-  
gewicht  $M_v$  von 119 000, das aus 16 Teilen Styrol und  
84 Teilen Isopren aufgebaut ist. Dieses Dreiblockcopo-  
30 lymerisat wurde unter Anwendung der im Beispiel 1 ge-  
gebenen Rezeptur Schmelzkleber-Mischung hergestellt. Die  
für die Schälfestigkeiten und Scherfestigkeiten, letztere  
gemessen bei 23 und 50°C, erhaltenen Werte sind in der  
35 folgenden Tabelle aufgeführt.

Best Available Copy

2942128

BASF Aktiengesellschaft

- 13 - 15 -

O.Z. 0050/034097

Tabelle

		Schälfestigkeit Scherfestigkeit in Std.		
		(N/2 cm)	bei 23°C	bei 50°C
5	Beispiel	13,0 A	24	10
	Vergleichsversuch	11,0 A	4 K	0,2 K

A = Adhäsionsbruch

10 K = Kohäsionsbruch

15

20

25

30

35

130018/0285